

## Percontoh batuan sulfida – Penentuan kadar Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)





© BSN 2003

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Mangala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
Pendahuluan.....	iii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif .....	1
3 Cara uji .....	1
3.1 Prinsip .....	1
3.2 Pengambilan dan prefarasi contoh .....	1
3.3 Pereaksi .....	1
3.4 Peralatan .....	2
3.5 Pembuatan larutan standar 1000 ppm .....	2
3.6 Prosedur .....	4
3.7 Penghitungan .....	5
3.8 Pelaporan .....	5
Bibliografi .....	7



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Percontoh batuan sulfida – Penentuan kadar Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)* disusun dengan tujuan untuk menyeragamkan pemakaian metode uji di bidang pertambangan umum sehingga dapat dicapai hasil yang dapat dipercaya dan diakui baik secara nasional maupun internasional (akreditasi laboratorium yang handal) sehingga akan meningkatkan pembangunan di bidang pertambangan umum.

SNI ini dipersiapkan dan disusun oleh Panitia Teknis Standar Komoditi Tambang dan Uji Mineral/Logam. Pelaksanaan kegiatan tersebut didasarkan atas Surat Keputusan Direktur Jenderal Geologi dan Sumberdaya Mineral Nomor: 091.K/73/DJG/2001 tentang Pembentukan Panitia Teknis Perumus Rancangan Standar Nasional Indonesia (SNI) di Bidang Pertambangan, Sub Bidang Pertambangan Umum.

SNI ini telah dibahas dalam berbagai rapat teknis dan terakhir dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 23 Desember 2002 di Jakarta. Pembahasan melibatkan pihak terkait yang terdiri atas instansi teknis, pengusaha, praktisi, Pusat Bahasa, Departemen Pendidikan Nasional dan perguruan tinggi.





## Pendahuluan

Batuan sulfida merupakan salah satu komoditas tambang yang mengandung logam-logam berharga antara lain, emas (Au), perak (Ag). Disamping kandungan logam-logam tersebut, batuan sulfida mengandung unsur-unsur lainnya seperti timbal (Pb), tembaga (Cu), seng (Zn), besi (Fe), mangan (Mn) kadmium (Cd). Penentuan kadar unsur-unsur tersebut dapat dilakukan dengan beberapa metode, salah satunya adalah dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Untuk itu, penentuan kadar Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd contoh batuan sulfida dengan SSA perlu distandarkan.







## Percontoh batuan sulfida – Penentuan kadar Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan penentuan kadar Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd percontoh batuan sulfida dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) yang meliputi, acuan normatif, prinsip, preparasi contoh dan cara uji.

### 2 Acuan normatif

ASTM, 1992, ANSI/ASTM D 3683-78, *Standard Method for Trace Elements in Coal and Coke Ash by Atomic Absorption, Annual book of ASTM. Philadelphia: American Society for Testing and Materials.*

SNI 13-3496-1994, *Pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.*

SNI 13-6345-2000, *Penentuan kadar unsur kelumit dalam abu batubara dan kokas dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).*

### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Percontoh batuan sulfida dilarutkan dengan asam campur HCl dan HNO<sub>3</sub> atau HNO<sub>3</sub>, HF, HClO<sub>4</sub> dan HCl. Setelah contoh larut, diencerkan sampai volume tertentu, dan unsur-unsurnya diperiksa dengan SSA dalam suasana asam dan atau lantanum.

#### 3.2 Pengambilan dan preparasi contoh

Pengambilan dan preparasi contoh dilakukan sesuai dengan prosedur yang berlaku yaitu: SNI 13-3496-1994, *Pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.*

#### 3.3 Perekaksi

Perekaksi terdiri atas:

- asam fluorida (HF) p.a.;
- asam klorida (HCl) p.a.;
- asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) p.a.;
- asam nitrat 1:1 dibuat dengan cara mengencerkan 50 ml HNO<sub>3</sub> p.a. dengan 50 ml akuades;
- asam perklorat (HClO<sub>4</sub>) p.a.;
- larutan La<sup>3+</sup> 1 % dibuat dengan cara melarutkan 17,66 g LaCl<sub>3</sub> dalam 1000 ml akuades; dan
- larutan standar siap pakai atau dibuat dari logam murni (minimal 99,9 %) oksida atau garam dari logam/senyawa Pb, Cu, Zn, Fe, Mn dan Cd.

#### 3.4 Peralatan



Peralatan terdiri atas:

- a) piala Teflon 100 ml;
- b) gelas piala 400 ml, 250 ml, dan 100 ml;
- c) labu ukur 1000 ml, 250 ml, 100 ml atau 50 ml;
- d) pipet volume (pipet gondok) 100 ml, 50 ml, 25 ml dan 20 ml;
- e) pipet ukur 10 ml;
- f) buret 50 ml atau 25 ml;
- g) timbangan analitik dengan ketelitian 4 desimal;
- h) spektrofotometer serapan atom; dan
- i) botol pereaksi polietilena.

### 3.5 Pembuatan larutan standar 1000 ppm

#### 3.5.1 Larutan standar Pb, 1000 ppm

Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Pb (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik)
- b) Dari logam Pb dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 1,0000 g logam Pb p.a., masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, dan larutkan dengan lebih kurang 10 ml  $\text{HNO}_3$  p.a.;
  - 2) panaskan sampai larut, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 100 ml, panaskan lagi, dan dinginkan;
  - 3) masukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas dengan akuades, kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

#### 3.5.2 Larutan standar Cu, 1000 ppm

Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Cu (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik)
- b) Dari logam Cu dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 1,0000 g logam Cu p.a., masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, dan larutkan dengan lebih kurang 10 ml  $\text{HNO}_3$  p.a.;
  - 2) panaskan sampai larut, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 100 ml, panaskan lagi, dan dinginkan;
  - 3) masukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas dengan akuades, kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

#### 3.5.3 Larutan standar Zn, 1000 ppm

Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Zn (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik)
- b) Dari logam Zn dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 1,0000 g logam Zn p.a., masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, dan larutkan dengan lebih kurang 10 ml  $\text{HCl}$  p.a.;
  - 2) panaskan sampai larut, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 100 ml, panaskan lagi, dan dinginkan;
  - 3) masukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

#### 3.5.4 Larutan standar Fe, 1000 ppm



Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Fe (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik).
- b) Dari senyawa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 0,7033 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  p.a. yang telah dikeringkan pada suhu  $105^\circ\text{C}$  sampai  $110^\circ\text{C}$  selama kurang lebih 2 jam, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml;
  - 2) tambahkan 25 ml HCl 1:1, tutup dengan kaca arloji, panaskan sampai larut dan tambahkan lebih kurang 75 ml akuades, lalu dinginkan;
  - 3) masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas dengan akuades, kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

### 3.5.5 Larutan standar Mn, 1000 ppm

Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Mn (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik).
- b) Dari logam Mn dan senyawa  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 1,0000 g logam Mn p.a., atau 3,0763 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  p.a. masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, dan larutkan dengan 10 ml  $\text{HNO}_3$  (1:1);
  - 2) panaskan sampai larut, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 100 ml, kemudian panaskan lagi, dan dinginkan;
  - 3) masukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas, kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

### 3.5.6 Larutan standar Cd, 1000 ppm

Dibuat dari salah satu cara sebagai berikut:

- a) Dari larutan siap pakai yang mengandung Cd (dibuat sesuai dengan petunjuk dari pabrik)
- b) Dari logam Cd dibuat dengan cara sebagai berikut:
  - 1) timbang dengan teliti 1,0000 g logam Cd p.a., atau 2,828 g  $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  p.a. dalam gelas piala 250 ml, larutkan dengan lebih kurang 10 ml  $\text{HNO}_3$  (1:1);
  - 2) panaskan sampai larut, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 100 ml, kemudian panaskan lagi, dan dinginkan;
  - 3) masukkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml, bilas gelas piala sampai bersih, encerkan dan impitkan larutan sampai tanda batas, kocok sampai homogen, dan simpan dalam botol pereaksi polietilena.

### 3.5.7 Pembuatan campuran larutan standar Pb 100 ppm, Cu 100 ppm, Fe 100 ppm, Zn 20 ppm, Mn 25 ppm dan Cd 25 ppm

Pipet masing-masing 100 ml larutan standar Pb 1000 ppm, 100 ml larutan standar Cu 1000 ppm, 100 ml larutan standar Fe 1000 ppm, 20 ml larutan standar Zn 1000 ppm, 25 ml larutan standar Mn 1000 ppm dan 25 ml larutan standar Cd 1000 ppm masukkan ke dalam labu ukur yang sama 1000 ml, encerkan dan impitkan sampai tanda batas dengan akuades, dan kocok sampai homogen.

### 3.5.8 Pembuatan seri campuran larutan standar kalibrasi Pb, Cu, Fe, Zn, Mn dan Cd

Buat seri campuran larutan standar yang terdiri atas 0 ppm sampai 20 ppm Pb, Cu, Fe, 0 ppm sampai 4,0 ppm Zn dan 0 ppm sampai 5,0 ppm Mn, Cd dari larutan pada butir 3.5.7 (lihat Tabel 1), masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 3 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. atau



larutan 1,0 ml larutan  $\text{La}^{3+}$  1 %, encerkan dan impitkan sampai tanda batas, dan kocok sampai homogen.

**Tabel 1 Campuran larutan kalibrasi Pb, Cu, Fe, Zn, Mn dan Cd**

Konsentrasi campuran larutan standar (ppm)							Campuran larutan standar, Pb, Cu, Fe (100 ppm), Zn (20 ppm) dan Cd, Mn (25 ppm) (ml)	Vol akhir (ml)
No.	Pb	Cu	Fe	Zn	Mn	Cd		
1	0	0	0	0	0	0	0	100
2	2,0	2,0	2,0	0,4	0,5	0,5	2	100
3	4,0	4,0	4,0	0,8	1,0	1,0	4	100
4	6,0	6,0	6,0	1,2	1,5	1,5	6	100
5	8,0	8,0	8,0	1,6	2,0	2,0	8	100
6	12,0	12,0	12,0	2,4	3,0	3,0	12	100
7	16,0	16,0	16,0	3,2	4,0	4,0	16	100
8	20,0	20,0	20,0	4,0	5,0	5,0	20	100

### 3.6 Prosedur

#### 3.6.1 Pelarutan contoh

Pelarutan contoh dapat dilakukan dengan salah satu metode sebagai berikut:

- a) Pelarutan dengan HF p.a., HCl p.a.,  $\text{HNO}_3$  p.a. dan  $\text{HClO}_4$  p.a.
  - 1) timbang dengan teliti 0,5000 – 1,0000 g contoh, masukkan ke dalam piala Teflon 100 ml, basahkan dengan sedikit akuades;
  - 2) tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a., 5 – 10 ml HF p.a., dan 3 ml  $\text{HClO}_4$  p.a.; panaskan perlahan-lahan di atas pelat pemanas sampai hampir kering, kemudian dinginkan;
  - 3) ulangi penambahan  $\text{HNO}_3$ , HF, dan  $\text{HClO}_4$  dan lakukan pengerjaan sesuai butir 2, jika contoh belum larut sempurna;
  - 4) tambahkan 5 ml HCl p.a., panaskan di atas pelat pemanas sampai garam-garam yang terbentuk larut sempurna, encerkan dengan akuades sampai volume lebih kurang 50 ml, panaskan lagi sampai larut sempurna, kemudian dinginkan;
  - 5) masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, bilas piala teflon sampai bersih dengan akuades, impitkan sampai tanda batas, dan kocok sampai homogen (larutan induk); dan
  - 6) lakukan pengerjaan blangko sesuai dengan butir 1 – 5.
- b) Pelarutan dengan air raja (*aquaregia*)
  - 1) timbang 0,5000 g – 1,0000 g contoh dalam gelas piala 250 ml, basahkan dengan sedikit akuades dan tutup dengan kaca arloji;
  - 2) tambahkan 6 – 10 ml HCl p.a., panaskan di atas pelat pemanas beberapa saat sampai gas  $\text{H}_2\text{S}$  yang terbentuk menguap semua, dan dinginkan;
  - 3) tambahkan 5 – 8 ml  $\text{HNO}_3$  pekat, panaskan kembali di atas pelat pemanas sampai hampir kering, dan dinginkan;
  - 4) tambahkan 5 ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan akuades secukupnya, panaskan dan didihkan di atas pelat pemanas sampai garam-garam yang terbentuk larut kembali, dan dinginkan; dan
  - 5) masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, bilas gelas piala sampai bersih dengan akuades, impitkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen, biarkan beberapa saat (larutan induk).
- c) Pelarutan dengan HF p.a., HCl p.a.,  $\text{HNO}_3$  p.a.,  $\text{HClO}_4$  p.a. dan larutan  $\text{La}^{3+}$



- 1) timbang 0,5000 g – 1,0000 g contoh dan masukkan ke dalam piala teflon, basahi dengan sedikit akuades;
- 2) tambahkan 10 ml HF dan 2 ml HClO<sub>4</sub> p.a., panaskan di atas pelat pemanas pada suhu lebih kurang 200 °C sampai timbul uap putih;
- 3) tambahkan 3 tetes HNO<sub>3</sub> dan lanjutkan pemanasan sampai hampir kering, dan dinginkan;
- 4) tambahkan 10 ml akuades dan 1 ml HClO<sub>4</sub> dan hangatkan;
- 5) masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 1,0 ml larutan La<sup>3+</sup> 1 % dan bilas piala Teflon dengan akuades sampai bersih, encerkan dan impitkan sampai tanda batas, kocok sampai homogen (larutan induk); dan
- 6) lakukan pengerjaan blangko sesuai dengan butir 1 – 5.

### 3.6.2 Pengukuran larutan dengan SSA

- a) Ukur serapan dari larutan seri standar, blangko dan contoh pada panjang gelombang masing-masing unsur dengan SSA, gunakan pembetulan latar (*background corrections*) untuk unsur Cd (lakukan pengenceran untuk unsur yang berkadar tinggi);
- b) Gunakan nyala (*flame*) dari campuran udara-asetilena (udara-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) sesuai dengan unsur yang akan diperiksa. Lihat parameter instrumen pada Tabel 2.
- c) Bandingkan serapan larutan contoh dari masing-masing unsur dengan serapan larutan standar, hitung kadar masing-masing unsur.

**Tabel 2 Parameter instrumen**

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Gas pembakar
Pb	283,3	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Cu	324,8	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Zn	213,9	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Fe	248,3	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Mn	279,5	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Cd	228,8	udara-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>

### 3.7 Penghitungan

$$\text{Kadar unsur, \%} = \frac{C \times fp \times V}{W \times 1000} \times 100$$

dengan pengertian:

- C konsentrasi unsur hasil pembacaan dalam ppm,  
 fp faktor pengenceran,  
 V volume larutan induk dalam milliliter,  
 W berat contoh dalam milligram.

### 3.8 Pelaporan

Pelaporan meliputi:

- jenis contoh,
- asal contoh,
- pengirim contoh,
- jumlah contoh,
- tanggal penerimaan,
- tanggal selesai,



- unsur yang diperiksa,
- kadar unsur dan metode analisis, dan
- nama dan tanda tangan teknisi.



## **Bibliografi**



Badingun H., Djuarsih, Hamid Abdullah, Herni Khaerunisa, Elvi Rachmawati, 1996, Analisis contoh batuan sulfida dengan metoda fire Assay-AAS (Au, Ag) dan metode AAS (Au, Ag, Pb, Cu, Zn, Fe, Mn, Cd), Prosiding Seminar Sehari, Standardisasi Analisis Mineral Indonesia, Puslitbang geoteknologi, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Bandung

Bull. Geol. Surv. Japan, 1979. The Determination of Major and Minor Elements on the two Geochemical Reference Samples, JA-1 and JB-2, and Six Geochemical Exploration Reference Samples, vol. 30, p. 37-43.

Varian Techtron, 1971, Analytical methods for flame spectroscopy, Australia.















**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.or.id](mailto:bsn@bsn.or.id)